

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 59-145207

(43)Date of publication of application : 20.08.1984

(51)Int.Cl.

C08F 12/34

(21)Application number : 58-018075

(71)Applicant : MITSUI TOATSU CHEM INC

(22)Date of filing : 08.02.1983

(72)Inventor : ASANUMA TADASHI

(54) PRODUCTION OF HIGH POLYMER OF DIISOPROPENYLBENZENE

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a soluble high polymer of diisopropenylbenzene in good yields, by polymerizing a diisopropenylbenzene oligomer using a cationic polymerization catalyst.

CONSTITUTION: A diisopropenylbenzene oligomer is prepared by, for example, a method wherein diisopropenylbenzene is brought into contact with acid clay or a cation exchange resin. The produced diisoprophenylbenzene oligomer is dissolved in an organic solvent (e.g., toluene) and polymerized in the presence of a cationic polymerization catalyst (e.g., AlCl₃ or BF₃-ethyl ether complex). The polymer solution is washed with aqueous hydrochloric acid or the like, and neutralized with an aqueous alkali solution. The polymer is separated from the solution by evaporation of the solvent or precipitation in a poor solvent for the polymer, such as methanol, and recovered to obtain the purpose high polymer.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑯ 日本国特許庁 (JP) ① 特許出願公開
⑰ 公開特許公報 (A) 昭59-145207

⑮ Int. Cl.³
C 08 F 12/34

識別記号 厅内整理番号
7016-4 J

④公開 昭和59年(1984)8月20日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 2 頁)

⑯ ジイソプロペニルベンゼン高重合体の製造方法

②特 願 昭58-18075

②出 願 昭58(1983)2月8日

⑦発明者 浅沼正

高石市取石3-4-1

⑦出願人 三井東圧化学株式会社

東京都千代田区霞が関3丁目2

番5号

明細書

1. 発明の名称

ジイソプロペニルベンゼン高重合体の製造方法。

2. 特許請求の範囲

カチオン重合触媒を用いてジイソプロペニルベンゼンオリゴマーを重合することを特徴とするジイソプロペニルベンゼン高重合体の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明はジイソプロペニルベンゼン高重合体の製造方法である。

反応性2重結合を有するジイソプロペニルベンゼン(以下DIPBと称する)の重合体は末端又はポリマー鎖内部に反応性2重結合を含有するポリマーとして各種の用途が期待される。しかし通常の重合法では不溶性重合体が多く生成し、可溶性重合体を得る方法の開発が望まれる。本発明者は先に特定の触媒を用いることで

可溶性重合体が収率よく得られることを見い出し特許出願したが、その方法では得られる重合体の分子量が小さいという問題があつた。

本発明者は種々の検討を行つた結果、特定の重合方法で収率よく高分子量の可溶性重合体が得られることを見い出し本発明を完成した。

本発明は、カチオン重合触媒を用いてDIPBのオリゴマーを重合することを特徴とするDIPBの高重合体の製造方法である。

DIPBのオリゴマーは、例えばDIPBを酸性白土、活性白土又は陽イオン交換樹脂と接触させることにより高い収率で得ることができるものである。

DIPBオリゴマーは、カチオン重合触媒で処理することによつてDIPBの高重合体となるが、この際にオリゴマーを得る場合の触媒やDIPBの残存モノマーを分離して行なうことは一層良好な結果をもたらす。

本発明に用いるカチオン重合触媒としては、公知のルイス酸、又はそれらの錯体が好ましく

用いられ、 $AlCl_3$ 、 BF_3 、 $SnCl_4$ 、 $TiCl_4$ などの金属のハロゲン化物が好ましく用いられるが公認のごとく少量の水、ハロゲン化炭化水素、エーテルなどを共存させることより好ましい。

カチオン重合触媒の使用方法には格別の限定はないが、比較的低温で反応を行うとか或は少量の水の混入しない条件で行うなどの方法が良好な結果を得る。

カチオン重合を行つた後で得られたDIPBの高重合体の後処理方法については、例えばポリマー溶液を塩酸水で洗浄し次いでアルカリ水で中和した後、溶媒を蒸発除去又はメタノールなどのポリマーの溶媒中に投じて重合体を沈殿させ分離することなどがある。

本発明の方法によつて、高分子量の可溶性ポリジイソプロペニルベンゼンをえることができる。

以下に実施例を挙げ本発明を具体的に説明する。

触媒として BF_3 ・エチルエーテル錯体0.1 mlを用いた他は実施例1と同様にし、その結果も表に示した。

実施例3

(A) オリゴマーの合成

ルージュイソプロペニルベンゼン1.0 ml、 $Nafion-511$ 1.9を用い80°C×2時間処理し次いで反応物を1.0 mlのベンゼンで希釈して沪過し次で不溶部は1.0 mlのベンゼンで2回洗浄し沪液はメタノールに投じ不溶分としてオリゴマーを得た。オリゴマーは60°C 70 mmHgで1.2時間乾燥した。なお $Nafion-511$ とはデュポン社のバーフルオロスルホン酸型の超強酸用のイオン交換樹脂である。

(B) (A)で得たオリゴマー1.9をトルエン5 mlに溶解して用い、塩化アルミニウム0.05 gを加え0°Cで1.0時間反応させた後は実施例1の(B)と同様にした結果は表に示す。

実施例1

(A) DIPBのオリゴマー合成。内容積3.0 mlの丸底フラスコにルージュイソプロペニルベンゼン1.0 ml、キシレン1.0 mlと活性白土1.9加え120°Cで5時間反応した。

反応液の1部をガスクロマトグラフィーで分析したところモノマーの9.9%が反応していた。反応液を沪別し、又、不溶分は1.0 mlのキシレンで2回洗浄し沪液と洗液を合せてオリゴマー溶液とした。

(B) (A)で得られたオリゴマー溶液1.0 mlに塩化アルミニウム0.05 g加え20°Cで5時間反応させた後、ポリマー溶液は5% HCl水5 mlで3回洗浄し、次いで5% NaOH水5 mlで2回、水5 mlで3回洗浄して後不溶分は沪別して、可溶部を2.0 mlのメタノール中に投じ、メタノール不溶分としてDIPBの高重合体を得た。結果は表に示す。

実施例2

実施例1の(A)で得たオリゴマー溶液に加える。

表

実験例	DIPBの オリゴマー重量 平均分子量*	オリゴマーから のポリマー収率 (%)	DIPBの 高重合体重量 平均分子量*
実施例1	2356	9.8	28650
実施例2	2356	9.8	17850
実施例3	2650	9.8	15450

* グルバーミエーションクロマトグラフィーで測定した
ポリスチレン換算の分子量

特許出願人

三井東圧化学株式会社